

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 55-071636

(43)Date of publication of application : 29.05.1980

(51)Int.Cl.

C03B 37/00  
G02B 5/172

(21)Application number : 53-143160

(71)Applicant : MITSUBISHI METAL CORP

(22)Date of filing : 20.11.1978

(72)Inventor : KOBAYASHI RYUZO  
WAKABAYASHI KUNIAKI

## (54) PRODUCTION OF BASE MATERIAL FOR LIGHT TRANSMISSION

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the title base material with little light loss by feeding a specified mixed gas (vapor phase heat treating agent) into the gap between a core material and a clad material prior to fusion bonding of the materials in production of the base material by a rod-in-tube method.

CONSTITUTION: A core material surface-smoothened and cleaned by mechanical or chemical polishing or heat treatment is put into a clad material similarly treated, and they are heated to about 500W1600° C with a resistance furnace, an oxyhydrogen flame or the like. At a state where the desired temp. is attained and fusion bonding does not occur yet, a hydrogen-free mixt. (vapor phase heat treating agent) consisting of one of C, N, O, S and Se, and one of halogen cpds. such as CCl<sub>4</sub> is fed into the gap between the materials at a vapor phase state, and fusion bonding is finished at this state.

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 03 B 37/00  
G 02 B 5/172

識別記号

庁内整理番号  
7730-4G  
7529-2H

⑬ 公開 昭和55年(1980)5月29日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 3 頁)

## ⑭ 光伝送用素材の製造方法

⑯ 発明者 若林邦昭

蓮田市上 1-3-31

⑰ 特 願 昭53-143160

⑰ 出 願 人 三菱金属株式会社

⑱ 出 願 昭53(1978)11月20日

東京都千代田区大手町1丁目5  
番2号

⑲ 発明者 小林隆三

⑳ 代理人 弁理士 白川義直

浦和市大東三丁目16番9号

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

## 光伝送用素材の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

(1) それぞれ機械研磨または化学研磨あるいは熱処理したコア材をクラッド材の中に挿入して加熱し、該コア材と該クラッド材を溶着させて紡糸することよりなる光伝送用素材の製造方法において、  
該コア材と該クラッド材の溶着前に該コア材と該クラッド材間の隙間に C, N, O, S, Se よりなる群の中から選ばれた少なくとも一種とハロゲンの少なくとも一種とを含みかつ水を含まない室温で流体をなす化合物を気相で流すことを特徴とする光伝送用素材の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は光損失の著しく少ない光伝送用素材の製造方法に関する。

光伝送用素材の製造方法として代表的なロッドインチューブ法はクラッド材の石英ガラス管(チューブ)にコア材の石英ガラス棒(ロッド)を挿

入し加熱してクラッド材とコア材を溶着させ、これを紡糸して光伝送用素材のファイバとする方法であるが、この方法はコア材とクラッド材の界面に気泡、不純物が混在し易く、そのためにファイバの光損失が大きくあらわれるという欠点がある。このような欠点を解決するために、上記コア材の挿入前に、無塵室などを使用してコア材とクラッド材の表面をそれぞれ慎重に機械研磨または化学研磨あるいは熱処理して、表面を滑らかにかつ淨化するものであるが、その後の取扱い時に外気に曝らすこともあつて上記コア材、クラッド材の界面に不純物が再付着するのを避けることができないのが現状である。

本発明は上記の従来法の欠点を解決し、コア材とクラッド材の界面状態の改善により光損失の著しい低減を可能ならしめる光伝送用素材の製造方法を提供するもので、その要旨とするところは、それぞれ機械研磨または化学研磨あるいは熱処理したコア材をクラッド材の中に挿入して加熱し、該コア材と該クラッド材を溶着させて紡糸すると

(1)

(2)

とよりなる光伝送用素材の製造方法において、該コア材と該クラッド材の溶着前に該コア材と該クラッド材間の隙間にC, N, O, S, Seよりなる群の中から選ばれた少なくとも一種とハロゲンの少なくとも一種とを含みかつ水素を含まない室温で流体をなす化合物を気相で流すことを特徴とする光伝送用素材の製造方法、にある。

本発明において、クラッド材とコア材間の隙間に両者の溶着前に気相の形で流されるC, N, O, S, Seよりなる群の中から選ばれた少なくとも一種とハロゲンの少なくとも一種とを含みかつ水素を含まない室温で流体をなす化合物は気相熱処理剤として作用し、クラッド材内面とコア材表面の不純物をそれぞれ揮発性ハロゲン化合物として除去するものである。たとえば、気相熱処理剤として $CCl_4$ を $N_2$ とともに溶着前の加熱状態にあるクラッド材とコア材間の隙間に流すと、クラッド材内面とコア材表面の不純物は $CCl_4$ と反応しそれぞれ揮発性塩化物となつて除去される。このように、気相熱処理によつて浄化されたクラッド材の内面

(3)

温度を上げ、コア材をクラッド材に溶着せしめ、これを紡糸して所要の光損失のきわめて少ない光伝送用素材のファイバが得られる。

上記加熱温度は500ないし1600℃の範囲であるが、加熱温度が500℃以下では上記気相熱処理剤によるハロゲン化反応の速度が著しく低下し、1600℃以上では石英ガラスの軟化、変形が顕著となり、処理操作が困難となる。また、加熱温度が上記500～1600℃の範囲でも、特に1200℃を超えると、石英ガラスが熱変形し易くなるので、コア材、クラッド材の加熱はともに適宜定速回転の下で、全長を一様に加熱するよりも、局部加熱ゾーンをコア材挿入のクラッド材の長手方向に移動させることが好ましい。以上において、クラッド材、コア材、気相熱処理剤として、それぞれ純石英ガラス、 $Al_2O_3$ 、ドーブド石英ガラス、 $CCl_4$ を使用した場合について述べたが、本発明はこれらに限定されるものでないことはもちろんである。

本発明は、以上のごとく、コア材とクラッド材間の界面状態の改善により光損失の著しい低減を

(5)

特開昭55-71636(2)

とコア材の表面は外気に曝されることなく、温度の上昇によつて直ちに溶着するので、不純物の再付着がなく、散乱損失および吸収損失が減少されることにより、紡糸によつて光損失のきわめて少ない性能の向上した光伝送用素材のファイバが得られる。上記気相熱処理剤が水素を含むと、この水素が不純物として石英ガラスに入り、クラッド材とコア材間に界面状態を悪くするので不適である。

さらに、本発明の一例を詳述する。プラズマ炭法により製造した無水の $Al_2O_3$ ドーブド石英ガラス棒を機械研磨により、10mmφのコア材とし、これをトリクロルエチレン、メタノール、純水、10% HF、純水の順で洗浄し、次いで真空乾燥器中で乾燥する。一方、純石英ガラス管からなるクラッド材は上記コア材と同様に洗浄、乾燥したのち、ガラス旋盤にセットし、上記のコア材を挿入し、抵抗炉、酸水素炭などにより500℃ないし1600℃の範囲に加熱する。このように、所要温度に加熱された溶着前の状態において、クラッド材とコア材間の隙間に $CCl_4$ を $N_2$ とともに流し、さらに

(4)

可能ならしめる光伝送用素材の製造方法を提供するもので、その工業的価値はきわめて大きい。

次に、本発明を実施例によつて具体的に説明するが、本発明はその要旨を越えない限り以下の実施例に限定されるものでない。

#### 実施例1.

$Al_2O_3$ を4%ドーブした高純度合成石英ガラス棒を機械研磨したのち、パークロルエチレン、エタノール、純水、10% 弗酸、純水の順に各液中で超音波洗浄を行ない、次いで電熱乾燥中120℃で乾燥した。この石英ガラス棒(径10mm)を同様な洗浄工程を経た石英ガラス管(内径15mm、外径19mm)に挿入し、両者の隙間に気相熱処理剤としての $CCl_4$ 、500ml/分と $N_2$ 、0.4l/分とよりなるガスを流しつつ、酸水素炭による1400℃の加熱ゾーンを該ガスの流れに沿つて10cm/分の移動速度で20回加熱を繰返したのち、該ガスを0.5l/分に切り変えてさらに10回の移動加熱を行ない、過剰の $CCl_4$ の熱分解によつて上記隙間に析出した炭素分を除去し、次いで該 $O_2$ ガスの通気を

(6)

止め、温度をさらに上昇させて上記石英ガラス管と石英ガラス棒を溶着させ、常法によりコア径120 $\mu\text{m}$ のファイバーに延伸して、光透過損失を測定したところ、波長0.8 $\mu\text{m}$ において3.9 dB/kmを得た。

比較例として、上記 $\text{CCl}_4$ による気相熱処理を施さなかった場合のファイバーの光透過損失は11.2 dB/kmであつた。

#### 実施例2.

実施例1と同様に機械研磨、湿式洗浄を施した無ドーブの高純度石英ガラス棒(径10 $\text{mm}$ )を、同様に湿式洗浄を施した石英ガラス管(内径15 $\text{mm}$ 、外径19 $\text{mm}$ )に挿入して上記石英ガラス管と石英ガラス棒間の隙間に $\text{CF}_4$ 、20 $\text{ml}/\text{分}$ と $\text{O}_2$ 、0.5 $\text{L}/\text{分}$ よりなるガスを流しつつ、酸水素炎による500 $^{\circ}\text{C}$ の加熱ゾーンを該ガスの流れに沿つて10 $\text{cm}/\text{分}$ の速度で30回往復移動させて加熱を行ない、次いで該ガスを $\text{SiCl}_4$ 、25 $\text{ml}/\text{分}$ 、 $\text{HBr}$ 、15 $\text{ml}/\text{分}$ および $\text{O}_2$ 、0.5 $\text{L}/\text{分}$ の混合ガスに切り換え、加熱ゾーンの温度を1300 $^{\circ}\text{C}$ として、該ガスの流れに

(7)

熱を繰返した後、さらに10分間 $\text{N}_2$ のみを通気し、次いで加熱温度を上げて、上記石英ガラス管と石英ガラス棒を溶着させ、常法によりコア径120 $\mu\text{m}$ のファイバーとし、その光透過損失を測定したところ、波長0.8 $\mu\text{m}$ において3.1 dB/kmを得た。

比較例として、上記 $\text{SUBr}_1$ による気相熱処理を施さなかった場合のファイバーの光透過損失は10.5 dB/kmであつた。

特許出願人 三菱金属株式会社  
代理人 白川 義 臣

特開昭55-71636(3)

沿つて50回移動加熱を行なつてクラッド層を主として上記石英ガラス管の内壁に形成させた後、上記石英ガラス管と石英ガラス棒を溶着させ、常法により径100 $\mu\text{m}$ のファイバーを作り、光透過率を測定したところ、波長0.8 $\mu\text{m}$ において2.7 dB/kmを得た。

比較例として、上記 $\text{CF}_4$ 、 $\text{CCl}_4$ および $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{HBr}$ による気相熱処理を施さなかった場合のファイバーの光透過損失は11.8 dB/kmであつた。

#### 実施例3.

$\text{Al}_2\text{O}_3$  1.2 $\text{g}$ をドーブした高純度石英ガラス棒を実施例1と同様に機械研磨、湿式洗浄後、電熱乾燥炉中120 $^{\circ}\text{C}$ で乾燥した。この石英ガラス棒(径10 $\text{mm}$ )を、気相反応により $\text{BCl}_3$ をドーブして屈折率1.4515のクラッド層(厚み0.5 $\text{mm}$ )をその内面に成長させた石英ガラス管に挿入し、上記石英ガラス管と石英ガラス棒間の隙間に $\text{SUBr}_1$  10 $\text{ml}/\text{分}$ と $\text{N}_2$  0.5 $\text{L}/\text{分}$ よりなるガスを通気しつつ都市ガス炎による700 $^{\circ}\text{C}$ の加熱ゾーンを該ガスの流れに沿つて10 $\text{cm}/\text{分}$ の速度で15回移動して加

(8)

(9)